

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ  
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

М Е Т О Д Ы  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ  
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

~~Часть 5~~

М о с к в а, 1971 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ  
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С  
ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ  
ПРИ МСХ СССР

Утверждено

Заместителем Главного санитарного  
врача Союза ССР

Д.Н.Лоранским

1971 г.

М Е Т О Д Ы  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ  
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ  
СРЕДЕ

Часть У.

Данные методики апробированы и рекомендованы  
в качестве официальных группой экспертов при  
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с  
вредителями, болезнями растений и сорняками  
при МСХ СССР

М о с к в а  
1971 г.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕЛЫПРЕКСА В ВОЗДУХЕ

### Характеристика препарата

Мелыпреко  $C_{12}H_{25}NH - C - NH_2 \cdot C_2H_5COOH$   
м.в. 287.

В чистом виде препарат представляет собой белые игольчатые кристаллы со слабым специфическим запахом. t пл. 136°. Растворим в спирте, в большинстве других органических растворителях не растворим. В воде при 20°C растворяется 0,063%. Стоек в умеренно щелочной или кислой среде.

### Принцип метода I)

Метод основан на хроматографировании препарата в тонком слое окиси алюминия. Подвижным растворителем служит смесь метилового и изоамилового спиртов (1:1). Зоны локализации препарата обнаруживают после обработки пластинки раствором бромкрезолового пурпурового и гидроокиси натрия.

Количество препарата определяют путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов.

Чувствительность определения 2 мкг в пробе.

### Реактивы и растворы

Окись алюминия для хроматографии.

Кальций серноокислый ( $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ) ч.д.в.

Просушивают в сушильном шкафу при температуре 150°C в течение 6 часов.

Изоамиловый спирт.

Спирт метиловый (этиловый).

Едкий натр 1n и 0,01n растворы.

I) Метод разработан Л.В.Сорокиной, М.А.Климанко, ВНИИГИТОИС, 1971.

Вата медицинская (гигроскопическая), промывается эфиром и высушивается.

Фильтры АФА-ХА-10 или АФА-ХА-18.

Стандартный раствор мелипрекса с содержанием 100 мкг/мл. Раствор устойчив в течение трех месяцев.

Проявляющий реактив: 0,4 г. бромкрезолового пурпурового растворяют в 75 мл 0,01N раствора  $N$  аОН, доводят pH с помощью 0,01N раствора  $N$  аОН или HCl до 6 и разбавляют до 500 мл дистиллированной водой.

#### Приборы и посуда

Асп.затор.

Алдожи стеклянные, заполненные 0,4 г гигроскопической ваты или фильтр АФА-ХА-10 (18), помещенный в виде конуса в патрон.

Пластинки для хроматографии размером 9x12 см.

Для приготовления сорбционной массы из окиси алюминия смешивают в фарфоровой ступке 50 г окиси алюминия с 5 г сернокислого кальция (оба компонента предварительно просеивают через сито 100 меш. или капроновую ткань), добавляют 75 мл дистиллированной воды и энергично перемешивают 3-5 минут. После образования однородной массы, ее тонким слоем наносят на пластинки.

Пульверизаторы стеклянные.

Пипетки емкостью 1 мл с делением 0,01 мл или медицинский шприц емкостью 1 мл для нанесения проб и стандартных растворов на хроматографическую пластинку.

Камера для хроматографирования.

Камера для опрыскивания.

Водяная баня.

Мерные колбы на 100, 500 мл

## Отбор проб воздуха

Исследуемый воздух, содержащий мельпрекс, протягивают через аллонж, заполненный 0,4 г ваты или фильтр АФА-ХА-10 (18) со скоростью 1-10 л/мин.

Для анализа следует отобрать не менее 10 л воздуха.

### Описание определения

Отобранную пробу воздуха (фильтр или вата) переносят в стакан и промывают 8 раза по 3 мл спиртом. Спиртовой раствор определяемого препарата уваривают до объема 0,3-0,5 мл на водяной бане. При большом содержании мельпрекса берется аликвотная часть экстракта. На середину хроматографической пластинки на расстоянии 1,5 см от нижнего края наносят исследуемую пробу в одну точку, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Колбочку с пробой 2 раза тщательно смывают небольшими порциями спирта (0,2-0,5 мл), которые наносят на пластинку в центр того же пятна.

Слева и справа от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы, содержащие 5 и 10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, на дно которой налит подвижный растворитель (смесь метилового и изоамилового спиртов 1:1).

После того, как растворитель поднимется на пластинке на 10,5 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до испарения растворителя. Для обнаружения препарата пластинку опрыскивают проявителем бромкрезоловым пурпуровым, дают пластинке просохнуть и затем опрыскивают 1н раствором едкого натрия. Мельпрекс проявляется в виде синих пятен на голубом фоне с  $R_f$  0,74-0,8. Количественное определение препарата производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размером пятен стандартных растворов.

Расчет результатов анализа производят по формуле:

$$X = \frac{A}{V_0 \cdot 1000}$$

X - содержание исследуемого препарата в анализируемой пробе - мг/л

A - количество препарата, найденное путем визуального сравнения со стандартом

$V_0$  - объем взятой пробы воздуха в литрах, приведенный к нормальным условиям.

## СОДЕРЖАНИЕ

|                                                                                                                                                                                                                                                | Стр. |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| Методические указания по разработке газо-хроматографических методов анализа остаточных количеств пестицидов<br>составлено Пивоваровым Г.А.                                                                                                     | I    |
| ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПРЕПАРАТЫ                                                                                                                                                                                                                    |      |
| Определение хлорорганических ядохимикатов (алдрина, гексахлорана, гептахлора, ДДТ, ДДД, ДДЭ и др.) в воде, овощах, фруктах и биологических средах методом газовой хроматографии- авторы: Гиренко Д.Б., Клисенко М.А.                           | II   |
| Определение ДДТ, ДДЭ, ДДД, линдана и ТХМ-3 в молоке и молочных продуктах методом газовой хроматографии авторы: Молочников В.В., Мочалов В.И., Моргунова А.П.                                                                                   | 18   |
| Колориметрический метод определения ДДТ в молоке и молочных продуктах<br>авторы: Молочников В.В., Мочалов В.И.                                                                                                                                 | 23   |
| Определение остаточных количеств гексахлорбутадиена в вине, соке и воде методом газо-жидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов авторы: Пивоваров Г.А., Гар К.А., Алексеева Е.М., Тимофеева О.Н., Шварцман Г.А. | 27   |
| Спектрофотометрическое определение гексахлорбутадиена (ГХБД) в воздухе<br>авторы: Гулько А.Г., Драновская Л.М.                                                                                                                                 | 33   |
| Определение в растительных маслах ДДТ, Гамма-ГХЦГ и др. хлорорганических пестицидов<br>авторы: Клисенко М.А., Бркова Э.Ф.,                                                                                                                     | 36   |
| Определение ДДТ, ГХЦГ, алдрина и гексахлорбензола в хлопковых вратах, обогащенных и необогащенных липидами авторы: Белова А.Б., Новикова Л.В.                                                                                                  | 38   |
| Определение ДДТ, ГПХ и $\gamma$ -ГХЦГ в почве, сахарной свекле и картофеле методом тонкослойной хроматографии авторы: Косматый Е.С., Грицаенко Н.Н.,                                                                                           | 47   |

|                                                                                                                                                                                                                                     |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Колориметрический экспресс-метод определения ДДТ в корне- и клубнеплодах<br>автор: Степиковская Л.А.                                                                                                                                | 49 |
| Определение полихлорпинена в воде, почве, картофеле свекле, ее ботве, масле в присутствии ДДТ и других хлорорганических пестицидов и полихлорнафта в почве<br>авторы: Клисенко М.А., Верблюдова Н.И., Косматый Е.С., Грицаенко Н.И. | 58 |
| Определение остатков ПХ в растениях методом тонко-слойной хроматографии<br>авторы: Косматый Е.С., Половская Ф.И., Тверская Б.М.                                                                                                     | 68 |
| Определение кельтана в огурцах методом тонкослойной хроматографии<br>авторы: Фомичева Л.Г., Ефимова Л.И.                                                                                                                            | 66 |
| Определение эфирсульфоната в винограде, сое, воде вишне методом ТСХ<br>авторы: Гослубев Т.И., Владимировна Л.Г., Колобродова Ю.М.                                                                                                   | 71 |
| <b>Фосфорорганические соединения</b>                                                                                                                                                                                                |    |
| Определение акрекса и каратана в растительных продуктах и воде<br>авторы: Клисенко М.А., Шниткина А.М.                                                                                                                              | 74 |
| Определение бутифоса в продуктах промышленной переработки хлопка-сырца и семян хлопчатника методом тонко-слойной хроматографии<br>авторы: Талипов Ш.Т., Джианбаева Р.Х., Халимова У.Х., Шейкина Р.И., Белобородова Н.Ф.             | 80 |
| Психрографический метод определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве<br>авторы: Патрашук Ф.И., Сорокская Л.Б.                                                                                                            | 86 |
| Булажно-хроматографический качественный и колориметрический количественный методы определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве<br>автор: Патрашук Ф.И.                                                                   | 90 |



|                                                                                                                                                               |     |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Определение трихлорметафоса-3 в молоке и молочных продуктах с помощью тонкослойной хроматографии<br>авторы: Молочников В.В., Серебряникова В.А., Мочалов В.И. | 96  |
| Определение фосфамида, антио и карбофоса в воздухе методом газо-жидкостной хроматографии<br>авторы: Клисенко М.А., Гиренко Д.Б.                               | 103 |
| Определение сайфоса в воде, продуктах питания растительного происхождения, почве :: Биологическом материале<br>авторы: Клисенко М.А., Письменная М.В.         | 107 |
| Определение сайфоса в воздухе методом хроматографии в тонком слое<br>авторы: Клисенко М.А., Письменная М.В.                                                   | 114 |
| Определение остаточных количеств фталофоса и фозалона в растительном материале, почве и воде<br>авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р.                           | 120 |
| Качественный и количественный методы определения фозалона в яблоках, яблоневых листьях, почве и воде<br>автор: Вылегжанина Г.Ф.                               | 128 |
| Определение фталофоса в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии<br>авторы: Заболотный К.Ф., Метелица В.К., Непоклонов А.А.                           | 133 |
| Количественное колориметрическое определение хлорофоса в молоке<br>автор: Степиковская Л.А.                                                                   | 137 |
| Определение амидофоса в молоке и мясе<br>авторы: Непоклонов А.А., Метелица В.К.                                                                               | 143 |
| Определение байтекса в молоке и мясе<br>авторы: Родэ А.П., Непоклонов А.А.                                                                                    | 150 |

**Биаметрический агар-диффузный метод определения фосфорорганических инсектицидов в продуктах животного происхождения** 156  
авторы: Непоклонов А.А., Метелица В.К.

#### Производные карбаматов

**Колориметрический метод определения купрациана-I, купрациана-II, Манеба, Марцина, ТМД в воздухе, продуктах питания растительного происхождения и биологических средах** 162  
авторы: Клисенко М.А., Векштейн Я.Ш.,

**Экспрессное определение тетраэтилтиурамдисульфида (ТМТД) в зерне и зернопродуктах** 164  
автор: Николаев А.В.

**Определение остаточных количеств дикрезила в биологических средах методом тонкослойной хроматографии** 167  
автор: Сивохин П.А.

#### Прочие соединения

**Определение 2-метокси-3,6-дихлорбензойной кислоты методом газо-жидкостной хроматографии** 172  
авторы: Рыжков А.А., Гейд Ю.П., Бабин Е.П., Свириденко А.С., Чекавская Я.А.

**Количественное определение дикамбы (дианата, банвена-Д) в растениях и в почве методом хроматографии в тонком слое** 179  
авторы: Березовский М.Н., Самосват Л.С., Никитин В.В.

**Определение диурона, ливулона, монурона, пропанида, солана, фалорана в воде, почве, овощах методом хроматографии в тонком слое** 184  
автор: Самосват Л.С.

**Колориметрический метод определения которана (пахтарона) в хлопковом масле** 186  
авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р., Алдошьян Т.В.

|                                                                                                                                                                                                        |     |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Качественное и количественное определение каптана и фталана в вине, виноградном соке, листьях и ягодах винограда, в почве и воде<br>авторы: Вайнтрауб Ф.П., Дронь Л.П.                                 | 193 |
| Определение мельпрекса в воздухе<br>авторы: Сорокина Л.В., Клисенго М.А.                                                                                                                               | 199 |
| Определение прометрина в почве, воде и растительном материале методом хроматографии в тонком слое<br>автор: Дроздова О.А.                                                                              | 203 |
| Определение феназона в свекле, почве и воде<br>авторы: Эгерт В.Э., Лиелгалве А.А.                                                                                                                      | 207 |
| Определение хлората магния в препарате-дефолианте, хлопковом масле, шроте, жмыхе, семенах, ядрах семян и волокне хлопчатника<br>авторы: Талилов Ш.Т., Жиянбаева Р.Х., Халимова У.Х., Белобородова Н.Ф. | 213 |